

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2001-243886**

(43)Date of publication of application : **07.09.2001**

(51)Int.Cl.

H01J 11/02

H01J 9/02

(21)Application number : **2000-055440**

(71) Applicant : **TORAY IND INC**

(22)Date of filing : **01.03.2000**

(72)Inventor : **OKUYAMA KENTARO
WATANABE OSAMU**

(54) MEMBER FOR PLASMA DISPLAY, PLASMA DISPLAY AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a plasma display and its manufacturing method with high reliability and a longer life.

SOLUTION: The member for a plasma display with a MgO film on a plurality of electrodes on a substrate has density of the MgO film of 3.2 g/cm³ and over. In the manufacturing method for the member for the plasma display and the plasma display formed with MgO film on a plurality electrodes on the substrate, impurity level I in the decompression atmosphere which is calculated by the following formula is 110 ppm and under after the substrate is disposed in a vacuum chamber and discharged of air in advance, in forming the MgO film on a plurality of electrodes on the substrate in the decompression atmosphere with the introducing gas. $I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$, where, Q_b : build up rate of the vacuum chamber, Q_{imp} : quantity of impurity composition in the introducing gas at a gas inlet port of the vacuum chamber, Q_{gas} : introducing gas mass flow. Each unit is Pa.m³/s.

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the member for plasma displays, a plasma display, and its manufacturing method.

[0002]

[Description of the Prior Art]As an image forming device which replaces a heavy large cathode-ray tube, what is called a light thin flat-surface type display panel attracts attention. As a flat-surface type display panel, although the liquid crystal display is developed briskly, the technical problem that a picture is dark and that an angle of visibility is narrow remains in this. Although there is a plasma display which is a spontaneous light type discharge type display as what is replaced with this liquid crystal display, a bright picture is acquired compared with a liquid crystal display, and an angle of visibility is large, and since the demand of enlargement and highly-minute-izing can be met further, those needs are growing.

[0003]A plasma display makes inter-electrode produce plasma discharge in the discharge space provided between the front plate and the back plate, and a display is performed by making the fluorescent substance which established the ultraviolet rays generated from the gas enclosed in discharge space in discharge space irradiate. In an AC type plasma display, a MgO (magnesium oxide) film is formed in many cases in order to protect an electrode and a dielectric layer from the ion bombardment at the time of discharge. MgO is a metallic oxide with a high secondary electron emission factor, and since the firing potential of a plasma display falls by using this, it also has an advantage it becomes easy to drive.

[0004]As a formation method of the MgO film in a discharge type display, conventionally, For example, about a plasma display, the substrate with which the parallel pole and the dielectric layer were formed is arranged in a vacuum chamber, After performing evacuation to a predetermined pressure, the vacuum deposition of irradiating with an electron beam (EB) the MgO pellet which is a base material, introducing oxygen, and making MgO deposit on this substrate is in use.

[0005]In a plasma display, since the surface is in contact with discharge space, a MgO film has big influence on the discharge characteristic of a plasma display, and the surface state and membrane quality are stabilization of a display, drive nature, and a factor important in which long lasting top.

[0006]Generally, in a plasma display, crystal orientation is bad and there is a problem that aging of the MgO film by prolonged lighting is large, with the MgO film of low density. The cell (astigmatism light cell) which is not turned on since discharge voltage will rise, if aging of a MgO film is large will increase.

[0007]When forming a MgO film in JP,5-234519,A as a manufacturing method of an AC type plasma display panel as opposed to this technical problem, the method of forming membranes, while irradiating with an ion beam to a vacuum evaporation side is indicated. When forming a MgO film in JP,8-255562,A similarly as a formation method of the protective film for dielectrics in a plasma display panel, gaseous ozone is introduced in a vacuum chamber, and the method of forming membranes, while irradiating a vacuum evaporation side with ultraviolet rays is indicated.

[0008]However, it was not able to be said that these formation methods were not easy, and also were enough as applying to a large sized substrate called 42 inches of vertical angles. [of the membranous quality of the MgO film formed in respect of the reliability of the display action by prolonged lighting of a panel]

[0009]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]then, the place which this invention was made in view of the problem in a Prior art mentioned above, and is made into the purpose is forming a MgO film with high film density, and there is a display action by prolonged lighting in providing a stable and long lasting plasma display and a manufacturing method for the same.

[0010]This invention persons found out that reduction of the impurity which exists in the decompressed atmosphere which forms a MgO film was important to this technical problem. That is, according to the conventional manufacturing method, in atmosphere, the impurity gas in introductory gas, such as released gas from a vacuum chamber wall and oxygen, remained during vacuum evaporation, these gas constituents stuck to the crystal growth outermost surface where MgO is vapor-deposited, and crystal growth was checked and they were taken in into the film. It depends for the released gas from a vacuum chamber wall on the gas adsorption nature of a vacuum chamber wall surface greatly, the vacuum chamber wall surface of the conventional manufacturing method is mainly stainless steel, and there is much released gas. There is much O_2 and CO_2 with especially large adsorption power in the surface. When introducing gas, such as oxygen, into a vacuum chamber at the time of vacuum evaporation, introductory gas, The ** gas part surface of the gas feed system which consists of piping, a valve, and a pressure regulator since it is sealed in gas piping just before introduction (with the wall of piping, a valve, a pressure regulator, etc.) It was polluted by the released gas from the portion which touches when gas flows (an impurity gas component amount increases), and the impurity gas component amount in the introductory gas actually introduced into a vacuum chamber was more than the impurity gas component amount of the introductory gas with which the cylinder was filled up.

[0011]Since there were many amounts of released gas from the ** gas part surface, even if it performed evacuation inside a gas introduction pipe, introductory gas was immediately polluted with the gas feed system mentioned above. Even if it performs operation (purge) which passes gas and extrudes impurity gas in piping, Since impurity gas would collect on the Dead Zone which gas, such as a valve seat of a valve, tends to **** if the impurity gas of a ppm level, especially the large H_2O gas of the adsorption power in the surface are included in the gas to be used, introductory gas was too polluted, when introduced into the vacuum chamber.

[0012]

[Means for Solving the Problem]Namely, a member for plasma displays, wherein this invention is a member for plasma displays which comes to form a MgO film on an electrode of plurality on a substrate and density of a MgO film is more than $3.2\text{g}/\text{cm}^3$.

[0013]This invention is a plasma display using the above-mentioned member for plasma displays.

[0014]This invention is a manufacturing method of a plasma display which forms a MgO film on an electrode of plurality on a substrate, When forming a MgO film on an electrode of plurality on a substrate in a decompressed atmosphere which introduced introductory gas after arranging a substrate in a vacuum chamber and carrying out preliminary exhaust air, it is a manufacturing method of a plasma display, wherein impurity level I in a decompressed atmosphere computed by the following formulas is 110 ppm or less.

$I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas} Q_b$: The build-up rate Q_{imp} of a vacuum chamber: A unit sets all of an amount Q_{gas} of impurity components:introduction gas mass flow in introductory gas in a gas introducing port of a vacuum chamber to $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$.

[0015]

[Embodiment of the Invention]Below, the desirable embodiment of this invention is described. As for the substrate used for the member for plasma displays of this invention, the electrode of the stripe shape for discharge is formed on it. Not only the electrode to which stick-shape was parallel to the electrode of stripe shape but the electrode which gave a projection smaller than pixel size and the shape of T type to the parallel electrode is pointed out.

[0016]The density of the MgO film in this invention is more than $3.2\text{g}/\text{cm}^3$. It is because a void, a lattice defect,

and an impurity serve as little good crystal. To the ion bombardment by the discharge at the time of plasma display lighting, since the MgO film which has a good crystal has little aging, it becomes the life of a plasma display is long and stable [a display action]. It is more than 3.4 g/cm^3 more preferably. Since the lattice defect in a film and impurities will increase in number on the other hand if film density becomes smaller than 3.2 g/cm^3 , the heterogeneity and the void of lattice spacing increase and crystallinity falls. That is, in that to which aging of the MgO film by prolonged lighting becomes large (increase in the amount of weld slag of the MgO film by discharge), the rise of discharge voltage and narrow-ization of a discharge margin take place, and the problem that a display action becomes unstable is produced.

[0017]Next, the manufacturing method of the plasma display of this invention is explained along with order. The outline sectional view of the plasma display panel which used and produced the following processes is shown in drawing 1.

[0018](Composition board making process) The manufacturing method of the back plate 1 is described. Although the glass substrate in particular used for the back plate 1 is not limited, soda lime glass, the glass which carried out annealing treatment of the soda lime glass, or point [distortion / high] glass (for example, Asahi Glass Co., Ltd. make "PD-200") can generally be used for it. The size of a glass substrate does not have limitation in particular, and the thickness can use a 1-5-mm thing.

[0019]Pattern formation of the address electrode layer containing silver, aluminum and copper, gold, nickel, tin oxide, ITO, etc. is carried out with the photolithographic method which used screen-stencil and photosensitive conductive paste on the glass substrate. A dielectric layer may be provided on an address electrode layer for stabilization of discharge.

[0020]On the glass substrate in which the address electrode layer was formed, an electrode layer and the septum located in parallel are formed with the sandblasting method, a pattern transfer method, the photolithographic method, etc. It is not limited especially as a material of the septum used for this invention, but the glass material containing the oxide of silicon and boron is applied. Since pattern shape serves as a good rectangle or trapezoid when it forms with the photolithographic method that a refractive index includes the glass material of 1.5-1.68 70% of the weight or more, it is advantageous.

[0021]A fluorescent substance layer is formed on the glass substrate in which the electrode layer and the barrier layer were formed, with the photolithographic method, the dispenser method, screen printing, etc. which used photosensitive phosphor paste. The phosphor material in particular used for this invention is not limited. For example, in red, there are $\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Eu}$, $\text{YVO}_4\text{:Eu}$, $\text{BO}(\text{Y}, \text{Gd})_3\text{:Eu}$, $\text{Y}_2\text{O}_3\text{S:Eu}$, and $\gamma\text{-Zn}_3(\text{PO}_4)_2\text{:Mn}$. If green, $\text{Zn}_2\text{GeO}_2\text{:Mn}$, $\text{BaAl}_{12}\text{O}_{19}\text{:Mn}$, There are $\text{Zn}_2\text{SiO}_4\text{:Mn}$, $\text{LaPO}_4\text{:Tb}$, ZnS:Cu , aluminum, $\text{Zn}_2\text{SiO}_4\text{:Mn}$, As, S:Cu (ZnCd), aluminum, ZnO:Zn , etc. If blue, $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl:Eu}$, $\text{BaMgAl}_{14}\text{O}_{23}\text{:Eu}$, $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}\text{:Eu}$,

$\text{BaMg}_2\text{aluminum}_{14}\text{O}_{24}\text{:Eu}$, a ZnS:Ag+ red pigment, $\text{Y}_2\text{SiO}_3\text{:Ce}$, etc. are mentioned. Thus, the back plate 1 is producible.

[0022]Next, the manufacturing method of the front plate 2 is described. About the glass substrate used for the front plate 2, it is the same as that of what was stated to the back plate 1.

[0023]First, two or more electrodes for discharge are formed on a glass substrate. For example, pattern formation of the transparent electrodes, such as tin oxide and ITO, may be carried out with the photolithographic method [photo etching method / the lift-off method, / nickel / silver, aluminum and copper, gold] using screen-stencil and photosensitive conductive paste as an electrode formation method. A bus electrode may be formed on a transparent electrode in order to form a low resistance electrode. Here, a transparent dielectric layer can also be formed with screen printing etc. on the glass substrate in which two or more electrodes for discharge were formed. Although the transparent dielectric material in particular in that case is not limited, the dielectric materials containing PbO , B_2O_3 , and SiO_2 are applied.

[0024]On the glass substrate in which two or more electrodes for discharge were formed, a MgO film is formed for

the purpose of protection from the ion bombardment by discharge. The formation technique can apply electron beam evaporation method, a plasma deposition method, ion beam assistant vacuum deposition, the reactive sputtering method of Mg target, the ion beam weld slag method, a CVD method, etc. Also in which formation technique, a substrate is arranged in a vacuum chamber, and after carrying out preliminary exhaust air, a MgO film is formed by vacuum evaporation of a base material, or sputtering of a target on a substrate in a decompressed atmosphere.

[0025]In vacuum evaporation or sputtering of MgO, it is required in a decompressed atmosphere to introduce introductory gas. Use introductory gas for sputtering of a target, an ion beam, etc., or, It is preferred that it is gas introduced in order to control membraneous quality, and is the simple substance or mixed gas containing at least one sort specifically chosen from rare gas, such as helium, Ne, Ar, Kr, and Xe, H₂, N₂, and O₂. When using sputtering and an ion beam, since rare gas is inertness and it cannot react to MgO easily, it can be used preferably. When H₂ and N₂ control the crystal orientation of a MgO film, and a crystal grain diameter, O₂ is preferably used, respectively, when reducing the oxygen deficiency in a MgO film. The mixed gas of Ar and O₂ can be used in sputtering process, and especially O₂ can be especially used preferably in electron beam evaporation method.

[0026]In order to improve the reliability of the display action by prolonged lighting of a plasma display, it is required for aging by prolonged lighting to form few MgO films. For that purpose, film density is high and reduction of the impurity gas which exists in the decompressed atmosphere which the display action by prolonged lighting needs to form a stable MgO film, and forms a MgO film is important. That is, it is required for impurity level I computed from the following formulas to be 110 ppm or less.

[0027] $I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$ -- here, the amount of impurity components in introductory gas [in / Q_b / in the build up rate of a vacuum chamber and Q_{imp} / a vacuum chamber introduction port] and Q_{gas} are gas mass flows introduced into a vacuum chamber. All units are Pa·m³/s. Here, a build up rate multiplies the pressure-buildup speed of the space where it was sealed when evacuation is stopped from a vacua by the volume of space, and shows the gas volume emitted per unit time from the surface in space. The impurity gas component amount in introductory gas multiplies the gas mass flow introduced into a vacuum chamber by the purity of the gas, and shows the amount of impurity gas sent in per unit time at a vacuum chamber.

[0028]A MgO film with little aging by prolonged lighting can be formed, and a long lasting plasma display can be produced because impurity level I in a decompressed atmosphere shall be 110 ppm or less. Since impurity gas sticks to the outermost surface in which MgO is carrying out [impurity level I of a decompressed atmosphere] crystal growth when more than 110 ppm, the crystallinity of the MgO film which checks crystal growth and is formed falls, and film density falls. If the impurity gas to which it stuck is incorporated into a film, the impurity gas in a film will increase. The impurity gas incorporated into the film is emitted to discharge gas space out of a film by the discharge at the time of plasma display lighting, and when not having switched on the light (discharge), it sticks to the MgO-film surface. Therefore, if there is more impurity gas in a film than the above-mentioned upper limit, the impurity gas which sticks to the MgO-film surface will also increase, and the fall of the secondary electron emission factor of a MgO film, i.e., discharge voltage, will increase. In the cell which discharge voltage increased, since it does not discharge in the discharge voltage set up before, lighting, i.e., a display, becomes impossible. It is preferred that the impurity level in [this point to] a decompressed atmosphere is 30 ppm or less.

[0029]Impurity gas is gas which is easy to stick to the MgO-film surface, and H₂O, CO, CO₂, etc. are mentioned as a concrete example. Since Mg(OH)₂, MgCO₃, etc. will be formed if these gases adsorb, membraneous quality may be reduced.

[0030]As for the build up rate of a vacuum chamber, since the manufacturing method of the plasma display of this invention is related with reduction of the impurity in the atmosphere which forms a MgO film, it is preferred that it is below 2x10⁻⁷Pa·m³/s. When the build up rate of a vacuum chamber is larger than 2x10⁻⁷Pa·m³/s, it is in the tendency for the membraneous quality of a MgO film to deteriorate. In order to make a build up rate below into 2x10⁻⁷Pa·m³/s, EL processing cut while spraying electrolytic polishing or the stainless steel by which compound

electrolytic polishing was carried out, and ethanol on the internal surface of a vacuum chamber, the aluminum which is cut in argon atmosphere and by which EX processing was carried out, or an aluminum containing alloy -- business -- it can use preferably. It is preferred to use not an organic matter but metal, such as a "Viton" and "Teflon (registered trademark)", for the construction material of the valve seat of a valve.

[0031]As for the impurity level in the introductory gas in the gas introducing port of a vacuum chamber, it is preferred that it is 1 ppm or less. With the impurity level in introductory gas, amount of impurity components Q_{imp} in introductory gas is \propto (ed) by introductory gas mass flow Q_{gas} . In order for an impurity level to be 1 ppm or less, the gas purification machines which used the un-evaporating type getter else [, such as using electrolytic polishing or the stainless steel by which compound electrolytic polishing was carried out for \propto gas parts, such as piping, a valve, a pressure regulator, and a flow instrument, or making the valve seat of a valve into metal] can be used. Before introducing introductory gas into a vacuum chamber, it is also effective to perform "a purge" which carries out the flow of the introductory gas to the inside of piping, and washes away impurity gas. When the impurity level in the introductory gas in the gas introducing port of a vacuum chamber is larger than 1 ppm, it is in the tendency for the impurity level in a decompressed atmosphere to increase, and a MgO film with large aging may be formed by prolonged lighting.

[0032]The substrate temperature in the process of forming a MgO film in this invention, membrane formation speed, Although film formation conditions in particular, such as the introductory partial pressure of gas, are not limited, when electron beam evaporation method is used, membrane formation speed of 150-250 $\mu\text{m/s}$ is made into 0.1 - 5 nm/s, introductory gas is made into oxygen for substrate temperature, and it is preferred that they are partial pressure 1×10^{-3} - $9 \times 10^{-2} \text{Pa}$.

[0033]As mentioned above, although the case where a MgO film was formed was explained, The above-mentioned MgO-protective-film formation method is applicable also to fluorides, such as oxides, such as SrO, CaO, Ce_2O_3 , SiO_2 , and aluminum $_2\text{O}_3$ and SrGdO, and MgF_2 , and CaF_2 . Thus, the front plate 2 is producible.

[0034](Sealing step) The process (sealing step) of sealing a front plate and a back plate using the glass frit for sealing is described. Although the glass frit material in particular for sealing used for this invention is not limited, For example, the crystalline fritto which consists of multicomputer system fritto which consists of low melting glass containing PbO, B_2O_3 , etc. and a ceramic filler, PbO, ZnO, B_2O_3 , etc. can be used preferably. About each presentation, it can choose suitably with the coefficient of thermal expansion of the glass substrate to be used, the highest treatment temperature in the process after sealing, etc.

[0035]As a method of arranging the glass frit for sealing, the Plastic solid beforehand produced with the die is used for the position between a front plate and a back plate, and also the glass frit for sealing can be pasted, and it can apply to one of a back plate and the front plates, or both sides. In particular polymer and the solvent that are used for the glass frit paste for sealing are not limited. For example, as polymer, it is acrylic resin, such as polymethylmethacrylate (PMMA), and is alpha-terpineol etc. as a solvent. As a coating method, screen printing, the dispenser method, etc. can be used, for example.

[0036]Next, external force is uniformly applied and supported to a front plate and a back plate so that dispersion in the thickness direction of the panel after sealing may be lessened. As a method of applying external force, the clip made from heat-resistant alloys (for example, Inconel etc.), metal plates, etc. can be used.

[0037]In order to provide glass piping for evacuation, the same glass frit for sealing is arranged to the contacted part of glass piping, and a back plate or a front plate. There are the method of using a Plastic solid and also applying a paste as a configuration method, etc.

[0038]the temperature more than the softening temperature of glass frit -- fixed time -- a front plate, a back plate and a composition board, and glass piping are sealed by holding as mentioned above. Sealing temperature and retention time can be suitably set up with the material of glass frit. Although the evacuation and the discharge gas enclosure process mentioned later may be once performed after cooling to near a room temperature after sealing, beforehand, the glass tube for evacuation and the exhaust of the composition board are connected, and the following

evacuation and discharge gas enclosure process may be performed, without cooling to a room temperature.

[0039](Evacuation and discharge gas enclosure process) Evacuation of the sealed inside of a member is carried out, and the process of enclosing discharge gas is explained. In an evacuation process, if evacuation in discharge space is performed from glass piping of the sealed composition board and it reaches to a 10^{-2} Pa grade, heating of the sealed composition board and glass piping will be begun. It is discharged from a panel by the gas which is sticking to the discharge inner surface etc. being desorbed from the surface, and exercising actively by heating. In the case where a MgO film is formed on the substrate which was not limited especially when sealing fritto was a range which does not show mobility, but formed the electrode for discharge, about 200-380 °C of cooking temperature is usually good. If retention time in particular is not limited, either but it becomes a large-sized panel, retention time will become long, but even an about 42-inch panel is about 10 or less hours.

[0040]when heating at constant temperature, exhausting, introduction and exhaust air of gas are repeatable, or for glass piping provided two or more beforehand, it can obtain, though gas is introduced from one side, and exhaust air can also be performed from one of the two in order to lessen the residual gas in discharge space more effectively. In the case where discharge gas is used as introductory gas, the gas which stuck to the discharge space inner surface can be more efficiently removed and discharged by discharging using the electrode of a front plate.

[0041]After performing predetermined heating, exhausting, a composition board is cooled to near a room temperature, continuing exhaust air, and discharge gas is enclosed to a predetermined pressure. And glass piping is blown out. A gas burner, an electrical heater, etc. can be used for blowout.

[0042]Finally, a drive circuit is mounted and a plasma display is completed.

[0043]

[Example]An example is used for below and this invention is concretely explained to it. However, this invention is not limited to this.

(Measuring method)

(1) Film density formed the MgO film 2 micrometers in thickness on the Si substrate (5 cm x 5 cm) which measured weight beforehand, and computed it from a part for the weight increment after the membrane formation in the comparison with a membrane formation front. The gravimetry was performed at the room temperature of 25 °C using the precision electronic balance.

[0044](2) The large ion gage (for example, EKUSUTARAKUTA gauge made from Rye Bolt) of the dynamic range was attached to the vacuum chamber, and the build up rate build up rate measured it. After performing evacuation of a vacuum chamber, the main valve between a vacuum chamber and an evacuation pump was closed. Change of the next pressure was downloaded to the personal computer, and vacuum Chillan Vargas's content volume was multiplied by it and computed at pressure-up speed.

[0045](3) Analysis of the impurity in the introductory gas introduced into the impurity analysis vacuum chamber in introductory gas connected the atmospheric-pressure-ionization-mass-spectrometry meter (APIMS) to the gas introducing port of a vacuum chamber, and at the same time as it introduced gas into the vacuum chamber, it measured.

[0046](Example 1) The plasma display was produced in the following procedures.

[0047]It calcinated, after forming an address electrode pattern on "PD-200" by Asahi Glass Co., Ltd. glass substrate with the photolithographic method which used photosensitive silver paste. The dielectric layer was formed by a thickness of 20 micrometers with screen printing on the glass substrate in which the address electrode was formed. After an appropriate time, the partition pattern was formed with the photolithographic method using a photosensitive septum paste. Next, the fluorescent substance layer was formed by the dispenser method. The thing of the presentation of red:(Y, Gd, Eu) BO₃, green:(Zn, Mn) ₂SiO₄, and blue:(Ba, Eu) MgAl₁₀O₁₇ was used for phosphor powder. Thus, the back plate was obtained.

[0048]Similarly, after forming an ITO electrode with photo etching method on "PD-200" glass substrate, the bus electrode pattern was formed with the photolithographic method using photosensitive silver paste. After an appropriate time, the transparent dielectric layer was formed by a thickness of 30 micrometers with screen printing.

The MgO film of 500 more nm thickness was formed as follows with electron beam evaporation method. The device used for film formation comprised a membrane formation room and a load lock chamber, and using the aluminum containing alloy by which EX processing of the vacuum chamber of a membrane formation room was carried out, the vacuum seal by O-ring etc. was not used but used the KONFU rat flange. After performing the degasifying baking powder of the vacuum chamber of a membrane formation room, as a result of measuring build up rate Q_b , it was $3 \times 10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$.

[0049]After having arranged the substrate with which the electrode for discharge and the transparent dielectric layer were formed in the load lock chamber and performing evacuation to a 10^{-5}Pa stand, the substrate was conveyed with the straight-line introduction machine to the membrane formation room by which degasifying baking powder was carried out. Next, heat a substrate to 250°C with an infrared lamp heater, and the oxygen gas included in the vacuum chamber of a membrane formation room as H_2O , CO , CO_2 , and impurity gas at least is made into introductory gas. MgO which is a base material was irradiated with the electron beam, introducing by introductory flow $Q_{\text{gas}} = 2.0 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ (12sccm), and the MgO film was vapor-deposited on the substrate, adjusting supplied power so that membrane formation speed may become 3 nm/s. At this time, the gas purification machines which use an un-evaporating type getter have been arranged between an oxygen gas bomb and the gas introduction gas port of the vacuum chamber of a membrane formation room. The pressure under membrane formation was $4 \times 10^{-2} \text{Pa}$. Impurity level $Q_{\text{imp}}/Q_{\text{gas}}$ of the introductory gas in a gas introducing port when forming membranes was 0.01 ppm. It is 0.16 ppm when impurity level I in a decompressed atmosphere is computed from Q_b , Q_{imp} , and Q_{gas} . Thus, the front plate was obtained. The film density of the MgO film produced on the conditions was 3.45 g/cm^3 .

[0050]Next, the glass frit paste for sealing was applied to the back plate using the dispenser method. The glass frit for sealing is a multicomputer system which consists of PbO , B_2O_3 , and a ceramic filler, and softening temperature is 410°C . The solvent used PMMA for alpha-terpineol and polymer. The back plate and the front plate have been arranged so that the address electrode and bus electrode of a back plate may be parallel, and external force was applied using the Inconel heat-resistant clip symmetrically with the medial axis within the field of a front plate and a back plate. Sealing was performed for 15 minutes at 450°C . Temperature up and a temperature falling speed were performed by a part for 5 %/s. When sealing a front plate and a back plate, glass piping was provided in the back plate side together.

[0051]Evacuation inside the front plate and back plate which were sealed was performed through glass piping. After the degree of vacuum inside this sealed member reached below $1 \times 10^{-3} \text{Pa}$, heating of 5 hours was performed at 350°C , exhausting as it is. After stopping heating and cooling to a room temperature, exhausting, the Xe5%-Ne gas which is discharge gas was enclosed to 66.5kPa. Glass piping was blown out using the electrical heater, finally, the drive circuit was mounted and the plasma display of display pixel number 640x480 cells was produced.

[0052]After the continuous light for six months of the plasma displays of production on the conditions, the increases in the number of astigmatism light cells were two cells. In lighting after neglecting it, without making the plasma displays of production turn on for one month on the conditions, there was no increase in the number of astigmatism light cells. The cell which was not turned on stably in succession other than the cell which is not turned on at all with an astigmatism light cell, but has been turned on intermittently is also pointed out. Although based also on pixel size, the size of a display, and the image to display, generally few directions of the number of astigmatism light cells are good, and it is preferred that they are [ten or less piece] five more or less pieces. That is, the display action of the display produced by this example was good.

[0053](Example 2) The plasma display was produced like Example 1 except not having performed the degasifying baking powder of the vacuum chamber of the membrane formation room used for formation of a front plate MgO film. As a result of measuring build up rate Q_b of the vacuum chamber of a membrane formation room, it was $1 \times 10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$. Impurity level $Q_{\text{imp}}/Q_{\text{gas}}$ of the introductory gas in a gas introducing port when forming membranes was

0.03 ppm. That is, impurity level I in the decompressed atmosphere in this example was 5.03 ppm. The film density of the MgO film produced on the conditions was 3.39 g/cm^3 . After the continuous light for six months of the plasma displays of production on the conditions, the increases in the number of astigmatism light cells were five cells. In lighting after neglecting it, without making the plasma displays of production turn on for one month on the conditions, there was no increase in the number of astigmatism light cells. That is, the display action was good.

[0054](Example 3) The degasifying baking powder of the vacuum chamber of the membrane formation room used for formation of a front plate MgO film was not performed, but the plasma display was further produced like Example 1 except not having arranged gas purification machines between an oxygen gas bomb and the gas introduction gas port of the vacuum chamber of a membrane formation room. As a result of measuring build up rate Q_b of the vacuum chamber of a membrane formation room, it was $1 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$. Impurity level $Q_{\text{imp}}/Q_{\text{gas}}$ of the introductory gas in a gas introducing port when forming membranes was 20.05 ppm. That is, impurity level I in a decompressed atmosphere was 25.05 ppm. The film density of the MgO film produced on the conditions was 3.30 g/cm^3 . After the continuous light for six months of the plasma displays of production on the conditions, the increases in the number of astigmatism light cells were six cells. In lighting after neglecting it, without making the plasma displays of production turn on for one month on the conditions, the increases in the number of astigmatism light cells were two cells. That is, the display action was good.

[0055](Example 4) The plasma display was produced like Example 1 except having used the stainless steel which carried out after-machining degreasing treatment to the vacuum chamber of the membrane formation room used for formation of a front plate MgO film. As a result of measuring build up rate Q_b of the vacuum chamber made from stainless steel of a membrane formation room, it was $2 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$. Impurity level $Q_{\text{imp}}/Q_{\text{gas}}$ of the introductory gas in a gas introducing port when forming membranes was 0.05 ppm. That is, impurity level I in the decompressed atmosphere in this example was 100.05 ppm. The film density of the MgO film produced on the conditions was 3.26 g/cm^3 . After the continuous light for six months of the plasma displays of production on the conditions, the increases in the number of astigmatism light cells were seven cells. In lighting after neglecting it, without making the plasma displays of production turn on for one month on the conditions, the increases in the number of astigmatism light cells were three cells. That is, the display action was good.

[0056](Comparative example 1) The same stainless steel as Example 4 that carried out after-machining degreasing treatment is used for the vacuum chamber of the membrane formation room used for formation of a front plate MgO film. The plasma display was produced like Example 1 except not having arranged gas purification machines between an oxygen gas bomb and the gas introduction gas port of the vacuum chamber of a membrane formation room. As a result of measuring build up rate Q_b of the vacuum chamber made from stainless steel of a membrane formation room, it was $2 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$. Impurity level $Q_{\text{imp}}/Q_{\text{gas}}$ of the introductory gas in a gas introducing port when forming membranes was 21.02 ppm. That is, impurity level I in the decompressed atmosphere in this example is 121.02 ppm.

The film density of the MgO film produced on the conditions was 3.12 g/cm^3 .

After the continuous light for six months of the plasma displays of production on the conditions, the increases in the number of astigmatism light cells were 18 cells. In lighting after neglecting it, without making the plasma displays of production turn on for one month on the conditions, the increases in the number of astigmatism light cells were 20 cells. That is, the display action was not good.

[0057] Impurity level [in a decompressed atmosphere] I of Examples 1-5 and the comparative example 1, Build up rate Q_b of the vacuum chamber of a membrane formation room, impurity level $Q_{\text{imp}}/Q_{\text{gas}}$ in the introductory gas in a gas introducing port, The density of a MgO film, the number of increases of the astigmatism light cell in a six-month continuous light, and the number of increases of the astigmatism light cell after neglecting it, without making the light switch on for one month are shown in Table 1.

[0058]

[Table 1]

	減圧雰囲気 中の不純物レ ベル (ppm) (計算値)	真空チャンバー のヒートアップ レート Q_{up} (Pa・m ³ /s)	導入ポートでの 導入ガス中の 不純物レベル Q_{imp} / Q_{gas} (ppm)	MgO膜の密 度 (g/cm ³)	6ヶ月連続 点灯による 非点灯セルの 増加数 (個)	1ヶ月点灯さ せずに放置し た後の非点灯 セルの増加数 (個)
実施例 1	0 . 1 6	3×10^{-6}	0 . 0 1	3 . 4 5	2	0
実施例 2	5 . 0 3	1×10^{-7}	0 . 0 3	3 . 3 9	5	0
実施例 3	2 5 . 0 5	1×10^{-7}	2 0 . 0 5	3 . 3 0	6	2
実施例 4	1 0 0 . 0 5	2×10^{-6}	0 . 0 5	3 . 2 6	7	3
比較例 1	1 2 1 . 0 2	2×10^{-6}	2 1 . 0 2	3 . 1 2	1 8	2 0

[0059]

[Effect of the Invention] A MgO film with little aging by prolonged discharge can be formed by this invention, and reliability can produce a long lasting plasma display highly.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2001-243886
(P2001-243886A)

(43)公開日 平成13年9月7日(2001.9.7)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
H 0 1 J 11/02		H 0 1 J 11/02	B 5 C 0 2 7
9/02		9/02	F 5 C 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁)

(21)出願番号	特願2000-55440(P2000-55440)	(71)出願人	000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
(22)出願日	平成12年3月1日(2000.3.1)	(72)発明者	奥山 健太郎 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
		(72)発明者	渡邊 修 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
		Fターム(参考)	5C027 AA07 5C040 FA01 FA04 GE07 GE09 JA07 KA04 KB08 KB19 KB28 KB29 MA10

(54)【発明の名称】 プラズマディスプレイ用部材およびプラズマディスプレイならびにその製造方法

(57)【要約】

【課題】信頼性が高く、そして長寿命なプラズマディスプレイおよびその製造方法を提供する。

【解決手段】基板上の複数の電極上にMgO膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、MgO膜の密度が 3.2 g/cm^3 以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材および基板上の複数の電極上にMgO膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンバー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した減圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMgO膜を形成する際、以下の式で算出される減圧雰囲気中の不純物レベルIが 110 ppm 以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法。

$$I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$$

Q_b : 真空チャンバーのビルドアップレート

Q_{imp} : 真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量

Q_{gas} : 導入ガス流量

いずれも単位は、 $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s}$ とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】基板上の複数の電極上にMgO膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、MgO膜の密度が 3.2 g/cm^3 以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材。

【請求項2】請求項1に記載のプラズマディスプレイ用部材を用いたことを特徴とするプラズマディスプレイ。

【請求項3】基板上の複数の電極上にMgO膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンバー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した減圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMgO膜を形成する際、以下の式で算出される減圧雰囲気中の不純物レベルIが 110 ppm 以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法。

$$I = (Qb + Qimp) / Qgas$$

Qb : 真空チャンバーのビルドアップレート

Qimp : 真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量

Qgas : 導入ガス流量

いずれも単位は、 $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s}$ とする。

【請求項4】減圧雰囲気中の不純物の成分が、 H_2O 、 CO または CO_2 から選ばれる少なくとも1種を含むことを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項5】真空チャンバーのビルドアップレートが、 $2 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s}$ 以下であることを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項6】真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルが 1 ppm 以下であることを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項7】導入ガスが、少なくとも O_2 または N_2 を含むことを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項8】導入ガス中の不純物の成分が、 H_2O 、 CO または CO_2 から選ばれる少なくとも1種を含むことを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、プラズマディスプレイ用部材およびプラズマディスプレイならびにその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】大きく重いブラウン管に代わる画像形成装置として、軽く、薄型のいわゆる平面型表示パネルが注目されている。平面型表示パネルとしては、液晶ディスプレイが盛んに開発されているが、これには画像が暗い、視野角が狭いといった課題が残っている。この液晶ディスプレイに代わるものとして自発光型の放電型ディ

スプレイであるプラズマディスプレイがあるが、液晶ディスプレイに比べて明るい画像が得られると共に、視野角が広く、さらに大型化、高精細化の要求に応えうることから、そのニーズが高まりつつある。

【0003】プラズマディスプレイは、前面板と背面板との間に設けられた放電空間内で、電極間にプラズマ放電を生じさせ、放電空間内に封入されたガスから発生した紫外線を、放電空間内に設けた蛍光体に照射させることにより表示が行われる。AC型のプラズマディスプレイでは、放電時のイオン衝撃から電極や誘電体層を保護する目的で、MgO（酸化マグネシウム）膜が形成される場合が多い。また、MgOは2次電子放出係数の高い金属酸化物であり、これを用いることによりプラズマディスプレイの放電開始電圧が下がることから駆動が容易となる利点もある。

【0004】従来、放電型ディスプレイにおけるMgO膜の形成方法としては、例えばプラズマディスプレイについては、平行電極、誘電体層が形成された基板を真空チャンバー内に配置し、所定の圧力まで真空排気を行った後、酸素を導入しながら母材であるMgOペレットに電子ビーム（EB）を照射し、該基板上にMgOを堆積させるといった蒸着法が主流である。

【0005】プラズマディスプレイにおいて、MgO膜はその表面が放電空間に接していることから、プラズマディスプレイの放電特性に大きな影響を及ぼし、その表面状態や膜質は、表示の安定化、駆動性、長寿命などの上で重要な因子である。

【0006】一般に、プラズマディスプレイにおいては、結晶配向性が悪く低密度のMgO膜では、長時間点灯によるMgO膜の経時変化が大きいといった問題がある。MgO膜の経時変化が大きいと、放電電圧が上昇するので点灯しないセル（非点灯セル）が増加してしまう。

【0007】この課題に対して、例えば、特開平5-234519号公報にはAC型プラズマディスプレイパネルの製造方法として、MgO膜を形成する際に、蒸着面に対してイオンビームを照射しながら成膜する方法が開示されている。また、特開平8-255562号公報には、プラズマディスプレイパネルにおける誘電体用保護膜の形成方法として、同じくMgO膜を形成する際に、真空チャンバー内にオゾンガスを導入すると共に、蒸着面に紫外線を照射しながら成膜する方法が開示されている。

【0008】しかし、これらの形成方法は、対角42インチといった大型基板に適用することは容易ではない上に、パネルの長時間点灯による表示動作の信頼性という点で、形成されたMgO膜の膜質では十分とは言えなかった。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、従来

の技術における上述した問題点を鑑みてなされたもので、その目的とするところは、膜密度が高いMgO膜を形成することで、長時間点灯による表示動作が安定で長寿命なプラズマディスプレイおよびその製造方法を提供することにある。

【0010】本発明者等はかかる課題に対して、MgO膜を形成する減圧雰囲気中に存在する不純物の低減が重要であることを見出した。つまり、従来の製造方法によれば、蒸着中雰囲気には、真空チャンバー内壁からの放出ガス、および酸素などの導入ガス中の不純物ガスが残存しており、これらガス成分がMgOが蒸着されている結晶成長最表面に吸着し、結晶成長を阻害したり、膜中に取りこまれていた。真空チャンバー内壁からの放出ガスは、真空チャンバー内壁表面のガス吸着性に大きく依存しており、従来の製造法の真空チャンバー内壁表面は、主にステンレスであり放出ガスが多い。特に、表面での吸着力が大きいH₂OやCO₂が多い。また、蒸着時に真空チャンバーに酸素などのガスを導入する場合、導入ガスは、導入直前までガス配管の中に密閉されているので、配管、バルブ、圧力調整器からなるガス導入系の接ガス部位表面（配管、バルブ、圧力調整器等の内壁で、ガスが流れる時に接する部分）からの放出ガスにより汚染（不純物ガス成分量が増加）され、実際に真空チャンバーに導入される導入ガス中の不純物ガス成分量は、ポンペに充填された導入ガスの不純物ガス成分量よりも多くなっていた。

【0011】また、上述したガス導入系では、接ガス部位表面からの放出ガス量が多かったため、ガス導入配管内部の真空排気を行っても、直ぐに導入ガスは汚染されていた。また、配管の中にガスを流し不純物ガスを押し出す操作（パージ）を行っても、使用するガス中にppmレベルの不純物ガス、特に表面での吸着力の大きいH₂Oガスを含んでいると、バルブの弁座などのガスが停留しやすいデッドゾーンに不純物ガスが溜まるため、やはり、導入ガスは真空チャンバーに導入される時点で汚染されていた。

【0012】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、基板上の複数の電極上にMgO膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、MgO膜の密度が3.2 g/cm³以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材。

【0013】また、本発明は、上記プラズマディスプレイ用部材を用いたことを特徴とするプラズマディスプレイである。

【0014】さらに、本発明は、基板上の複数の電極上にMgO膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンバー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した減圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMgO膜を形成する際、以下の式で算出

される減圧雰囲気中の不純物レベルIが110ppm以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法である。

$$I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$$

Q_b : 真空チャンバーのビルドアップレート

Q_{imp} : 真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量

Q_{gas} : 導入ガス流量

いずれも単位は、Pa・m³/sとする。

【0015】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の好ましい実施の形態を説明する。本発明のプラズマディスプレイ用部材に用いられる基板は、その上に放電のためのストライプ状の電極が形成されている。ストライプ状の電極とは、短冊型の平行した電極だけでなく、平行した電極に画素サイズよりも小さな突起やT字形状を付与した電極も指す。

【0016】本発明におけるMgO膜の密度は、3.2 g/cm³以上である。ポイド、格子欠陥、不純物が少なく良好な結晶となるためである。良好な結晶を有するMgO膜は、プラズマディスプレイ点灯時の放電によるイオン衝撃に対して経時変化が少ないので、プラズマディスプレイの寿命が長く、表示動作が安定となる。より好ましくは3.4 g/cm³以上である。一方、膜密度が3.2 g/cm³よりも小さくなると、膜中の格子欠陥、不純物が多くなるため、格子面間隔の不均一性およびポイドが増加し、結晶性が低下する。すなわち、長時間点灯によるMgO膜の経時変化が大きくなる（放電によるMgO膜のスパッタ量増加）ので、放電電圧の上昇、放電マージンの狭幅化が起こり、表示動作が不安定となるという問題を生ずる。

【0017】次に、本発明のプラズマディスプレイの製造方法を順に沿って説明する。図1に、以下の工程を用いて作製したプラズマディスプレイパネルの概略断面図を示す。

【0018】（構成基板作製工程）背面板1の作製方法について述べる。背面板1に用いるガラス基板は、特に限定しないが、一般的にはソーダライムガラスやソーダライムガラスをアニール処理したガラス、または、高歪み点ガラス（例えば、旭硝子社製“PD-200”）等を用いることができる。ガラス基板のサイズは特に限定はなく、厚みは1～5mmのものを用いることができる。

【0019】ガラス基板上に、スクリーン印刷や感光性導電ペーストを用いたフォトリソグラフィー法によって、銀やアルミ、銅、金、ニッケル、酸化錫、ITO等を含むアドレス電極層をパターン形成する。さらに、放電の安定化のためにアドレス電極層の上に誘電体層を設けても良い。

【0020】アドレス電極層を形成したガラス基板上

に、電極層と平行に位置した隔壁をサンドブラスト法、型転写法、フォトリソグラフィ法等によって形成する。本発明に使用する隔壁の材料としては特に限定されず、珪素およびホウ素の酸化物を含有するガラス材料が適用される。また、屈折率が1.5～1.68のガラス材料を70重量%以上含むことがフォトリソグラフィ法によって形成する場合パターン形状が良好な矩形または台形となるため有利である。

【0021】さらに、電極層および隔壁層を形成したガラス基板上に、感光性蛍光体ペーストを用いたフォトリソグラフィ法、ディスペンサー法、スクリーン印刷法等によって蛍光体層を形成する。本発明に使用する蛍光体材料は特に限定されない。例えば、赤色では、 $Y_2O_3:Eu$ 、 $YVO_4:Eu$ 、 $(Y, Gd)BO_3:Eu$ 、 $Y_2O_3S:Eu$ 、 $\gamma-Zn_3(PO_4)_2:Mn$ がある。緑色では、 $Zn_2GeO_4:Mn$ 、 $BaAl_{12}O_{19}:Mn$ 、 $Zn_2SiO_4:Mn$ 、 $LaPO_4:Tb$ 、 $ZnS:Cu, Al$ 、 $Zn_2SiO_4:Mn, As$ 、 $(ZnCd)S:Cu, Al$ 、 $ZnO:Zn$ などがある。青色では、 $Sr_5(PO_4)_3Cl:Eu$ 、 $BaMgAl_{14}O_{23}:Eu$ 、 $BaMgAl_{10}O_{17}:Eu$ 、 $BaMg_2Al_{14}O_{24}:Eu$ 、 $ZnS:Ag$ +赤色顔料、 $Y_2SiO_3:Ce$ などが挙げられる。このようにして、背面板1を作製することができる。

【0022】次に前面板2の作製方法について述べる。前面板2に用いるガラス基板については、背面板1に述べたものと同様である。

【0023】まず、ガラス基板上に、放電のための複数の電極を形成する。電極形成法としては、例えば、酸化錫、ITOなどの透明電極をリフトオフ法、フォトリソグラフィ法などによって、銀やアルミ、銅、金、ニッケル等をスクリーン印刷や感光性導電ペーストを用いたフォトリソグラフィ法によってパターン形成してもよい。また、より低抵抗な電極を形成する目的で透明電極の上にバス電極を形成してもよい。ここで、放電のための複数の電極を形成したガラス基板上に、透明誘電体層をスクリーン印刷法などにより形成することもできる。その場合の透明誘電体材料は特に限定されないが、 PbO 、 B_2O_3 、 SiO_2 を含有する誘電体材料が適用される。

【0024】放電のための複数の電極を形成したガラス基板上に、放電によるイオン衝撃からの保護を目的としてMgO膜を形成する。形成手法は、電子ビーム蒸着法、プラズマ蒸着法、イオンビームアシスト蒸着法、Mgターゲットの反応性スパッタ法、イオンビームスパッタ法、CVD法などが適用できる。いずれの形成手法においても、基板を真空チャンバー内に配置し、予備排気した後、減圧雰囲気中で基板上に母材の蒸着、またはターゲットのスパッタリングなどによりMgO膜を形成する。

【0025】MgOの蒸着またはスパッタリングでは、

減圧雰囲気中に導入ガスを導入することが必要である。導入ガスは、ターゲットのスパッタリング、イオンビームなどに利用したり、膜質を制御する目的で導入されるガスであり、具体的にはHe、Ne、Ar、Kr、Xeなどの希ガス、 H_2 、 N_2 、 O_2 から選ばれる少なくとも1種を含んでいる単体または混合ガスであることが好ましい。スパッタリング、イオンビームを用いる場合、希ガスは不活性であるのでMgOと反応しにくいことが好ましく用いることができる。また、 H_2 や N_2 はMgO膜の結晶配向性や結晶粒径を制御する場合に、 O_2 はMgO膜中の酸素欠損を低減する場合にそれぞれ好ましく用いられる。特に、スパッタリング法ではArと O_2 の混合ガスを、電子ビーム蒸着法では O_2 を特に好ましく用いることができる。

【0026】また、プラズマディスプレイの長時間点灯による表示動作の信頼性を向上するには、長時間点灯による経時変化が少ないMgO膜を形成することが必要である。そのためには、膜密度が高く、長時間点灯による表示動作が安定なMgO膜を形成する必要がある。MgO膜を形成する減圧雰囲気中に存在する不純物ガスの低減が重要である。すなわち、以下の式から算出される不純物レベルIが110ppm以下であることが必要である。

$$【0027】I = (Qb + Q_{imp}) / Q_{gas}$$

ここで、Qbは真空チャンバーのビルドアップレート、 Q_{imp} は真空チャンバー導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量、 Q_{gas} は真空チャンバーに導入するガス流量である。単位は全て $Pa \cdot m^3 / s$ である。ここで、ビルドアップレートとは、真空状態から真空排気を停止した時の、密閉された空間の圧力上昇速度に空間の体積を乗じたものであり、単位時間あたりに表面から空間に放出されるガス量を示すものである。導入ガス中の不純物ガス成分量とは、真空チャンバーに導入するガス流量にそのガスの純度を乗じたものであり、単位時間あたりに真空チャンバーに送り込まれる不純物ガス量を示すものである。

【0028】減圧雰囲気中の不純物レベルIを110ppm以下にすることで、長時間点灯による経時変化が少ないMgO膜が形成でき、長寿命なプラズマディスプレイを作製できる。減圧雰囲気の不純物レベルIが、110ppmよりも多い場合、MgOが結晶成長している最表面に不純物ガスが吸着するので、結晶成長を阻害し形成されるMgO膜の結晶性が低下し、膜密度が低下する。更に、吸着した不純物ガスが膜中に取り込まれると、膜中の不純物ガスが増大してしまう。膜中に取り込まれた不純物ガスは、プラズマディスプレイ点灯時の放電により膜中から放電ガス空間に放出され、点灯（放電）していない時にMgO膜表面に吸着する。したがって、膜中の不純物ガスが上記上限値より多いと、MgO膜表面に吸着する不純物ガスも多くなり、MgO膜の2

次電子放出係数が低下、すなわち放電電圧が増加する。放電電圧が増加したセルでは、以前に設定された放電電圧では放電しないので、点灯すなわち表示ができなくなる。この点から、減圧雰囲気中の不純物レベルが30ppm以下であることが好ましい。

【0029】不純物ガスとは、MgO膜表面に吸着しやすいガスであり、具体的な例としてはH₂O、CO、CO₂などが挙げられる。これらのガスが吸着すると、Mg(OH)₂、MgCO₃などが形成されるので、膜質を低下させてしまうことがある。

【0030】本発明のプラズマディスプレイの製造方法は、MgO膜を形成する雰囲気中の不純物の低減に関するもので、真空チャンバーのビルドアップレートは、 $2 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以下であることが好ましい。真空チャンバーのビルドアップレートが $2 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ よりも大きいと、MgO膜の膜質が低下する傾向にある。ビルドアップレートを $2 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以下にするためには、真空チャンバーの内壁面に電解研磨あるいは複合電解研磨されたステンレスや、エタノールを吹きつけながら切削するEL加工あるいは、アルゴン雰囲気中で切削するEX加工されたアルミ、またはアルミ合金を用好ましく用いることができる。バルブの弁座の材質には、“バイトン”、“テフロン（登録商標）”などの有機物ではなく、金属を用いることが好ましい。

【0031】また、真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルは、1ppm以下であることが好ましい。導入ガス中の不純物レベルとは、導入ガス中の不純物成分量 Q_{imp} を導入ガス流量 Q_{gas} で除したものである。不純物レベルを1ppm以下にするためには、配管、バルブ、圧力調整器、流量計などの接ガス部位に、電解研磨あるいは複合電解研磨されたステンレスを用いたり、バルブの弁座を金属製にするなどの他に、非蒸発型ゲッターを用いたガス精製器を用いることができる。更に、真空チャンバーに導入ガスを導入する前に、配管内部に導入ガスをフローさせ不純物ガスを押し流す“パージ”を行うことも有効である。真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルが、1ppmよりも大きいと、減圧雰囲気中の不純物レベルが増大する傾向にあり、長時間点灯により経時変化が大きいMgO膜が形成されることがある。

【0032】本発明において、MgO膜を形成する工程における、基板温度、成膜速度、導入ガス分圧などの成膜条件は特に限定されないが、電子ビーム蒸着法を用いた場合、基板温度を150～250℃、成膜速度を0.1～5nm/s、導入ガスを酸素とし、分圧 $1 \times 10^{-3} \sim 9 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ であることが好ましい。

【0033】以上、MgO膜を形成する場合について説明したが、上記MgO保護膜形成方法は、SrO、CaO、Ce₂O₃、SiO₂、Al₂O₃、SrGdOなどの酸

化物、およびMgF₂、CaF₂などのフッ化物にも適用可能である。このようにして前面板2を作製することができる。

【0034】（封着工程）前面板と背面板を封着用のガラスフリットを用いて封着する工程（封着工程）について述べる。本発明に使用する封着用のガラスフリット材料は特に限定されないが、例えば、PbO、B₂O₃等を含む低融点ガラスとセラミックファイラからなる複合系フリットや、PbO、ZnO、B₂O₃等からなる結晶性フリットを好ましく用いることができる。各組成については、使用するガラス基板の熱膨張係数や封着後の工程での最高処理温度などによって適宜選択することができる。

【0035】前面板と背面板の間の所定の位置に封着用ガラスフリットを配置する方法としては、あらかじめ成形型で作製しておいた成形体を用いる他に、封着用ガラスフリットをペースト化し、背面板と前面板のどちらか一方、または双方に塗布することができる。封着用ガラスフリットペーストに用いるポリマーおよび溶媒は特に限定されない。例えば、ポリマーとしてはポリメチルメタクリレート（PMMA）などのアクリル系樹脂、溶媒として α -ターピネオール等である。塗布方法としては、例えば、スクリーン印刷法、ディスペンサー法などを用いることができる。

【0036】次に、封着後のパネルの厚み方向のばらつきを少なくするように、前面板および背面板に均等に外力を加えて支持する。外力を加える方法としては、耐熱合金（例えば、インコネル合金など）製クリップや、金属製平板などを用いることができる。

【0037】また、真空排気用のガラス配管を設けるため、ガラス配管と、背面板または前面板との接触部位に、同様の封着用ガラスフリットを配置しておく。配置方法としては、成形体を用いる他に、ペーストを塗布する方法などがある。

【0038】ガラスフリットの軟化点以上の温度で一定時間上記のように保持することで前面板と背面板、および構成基板とガラス配管を封着する。封着温度や保持時間は、ガラスフリットの材料により適宜設定することができる。封着後に一度室温付近まで冷却後、後述する真空排気・放電ガス封入工程を行ってもよいが、あらかじめ、構成基板の真空排気用ガラス管と排気装置を接続しておき、室温まで冷却せずに下記の真空排気・放電ガス封入工程を行ってもよい。

【0039】（真空排気・放電ガス封入工程）封着した部材内部を真空排気し、放電ガスを封入する工程について説明する。真空排気工程においては、封着された構成基板のガラス配管から放電空間内の真空排気を行い、 10^{-2} Pa 程度まで到達したら、封着された構成基板およびガラス配管の加熱を始める。加熱することで、放電内部表面などに吸着しているガスは表面から脱離し、そし

10

20

30

40

50

て活発に運動することでパネルから排出される。加熱温度は、封着フリットが流動性を示さない範囲であれば特に限定されず、放電のための電極を形成した基板上にMgO膜を形成した場合には通常200～380℃程度がよい。また、保持時間も特に限定されず、大型のパネルになれば保持時間は長くなるが、42インチ程度のパネルでも10時間以下程度である。

【0040】また、排気を行いながら一定温度で加熱する時に、より効果的に放電空間内の残留ガスを少なくする目的で、ガスの導入・排気を繰り返したり、あらかじめ2本以上設けたガラス配管で、一方からガスを導入しながらもう片一方から排気を行ったりすることもできる。導入ガスとして放電ガスを用いた場合には、前面板の電極を用いて放電を行うことにより、放電空間内部表面に吸着したガスをより効率的に脱離・排出することができる。

【0041】排気しながら所定の加熱を行った後、排気を続けながら室温付近まで構成基板を冷却し、放電ガスを所定の圧力まで封入する。そしてガラス配管を溶断する。溶断には、ガスバーナーや電熱ヒーターなどを用いることができる。

【0042】最後に、駆動回路を実装してプラズマディスプレイを完成する。

【0043】

【実施例】以下に、本発明を実施例を用いて具体的に説明する。但し、本発明はこれに限定されない。

(測定方法)

(1) 膜密度は、あらかじめ重量を測定したSi基板(5cm×5cm)上にMgO膜を厚み2μm成膜し、成膜前との比較における成膜後の重量増加分から算出した。重量測定は精密電子天秤を用いて室温25℃にて行った。

【0044】(2) ビルドアッププレート

ビルドアッププレートは、ダイナミックレンジの広いイオンゲージ(例えば、ライボルト(株)製エクストラクターゲージ)を真空チャンバーに取りつけて測定した。真空チャンバーの真空排気を行った後、真空チャンバーと真空排気ポンプとの間にあるメインバルブを閉じた。この後の圧力の変化をパソコンに取りこみ、昇圧速度に、真空チャンバーガスの内容積を乗じて算出した。

【0045】(3) 導入ガス中の不純物分析

真空チャンバーに導入する導入ガス中の不純物の分析は、真空チャンバーのガス導入ポートに大気圧イオン化質量分析計(APIMS)を接続し、真空チャンバーにガスを導入すると同時に測定を行った。

【0046】(実施例1) プラズマディスプレイを以下の手順にて作製した。

【0047】旭硝子社製“PD-200”ガラス基板上に、感光性銀ペーストを用いたフォトリソグラフィ法によりアドレス電極パターンを形成した後焼成した。ア

ドレス電極が形成されたガラス基板上に誘電体層をスクリーン印刷法により20μmの厚みで形成した。しかる後、感光性隔壁ペーストを用いたフォトリソグラフィ法により隔壁パターンを形成した。次に蛍光体層をディスペンサー法にて形成した。蛍光体粉末は、赤:(Y, Gd, Eu)BO₃、緑:(Zn, Mn)₂SiO₄、青:(Ba, Eu)MgAl₁₀O₁₇の組成のものを用いた。このようにして背面板を得た。

【0048】同様に“PD-200”ガラス基板上に、フォトエッチング法によりITO電極を形成した後、感光性銀ペーストを用いたフォトリソグラフィ法によりバス電極パターンを形成した。しかる後、透明誘電体層をスクリーン印刷法により30μmの厚みで形成した。さらに500nm厚のMgO膜を電子ビーム蒸着法により以下のようにして形成した。膜形成に使用した装置は成膜室とロードロック室から構成されており、成膜室の真空チャンバーはEX加工されたアルミ合金を用い、Oリングなどによる真空シールは用いずコンフラットフランジを用いた。成膜室の真空チャンバーの脱ガスベーキングを行った後、ビルドアッププレートQ_bを測定した結果、 $3 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s}$ であった。

【0049】ロードロック室に放電のための電極、透明誘電体層が形成された基板を配置し、 10^{-5} Pa 台まで真空排気を行った後、その基板を脱ガスベーキングされた成膜室まで直線導入機で搬送した。次に基板を赤外線ランプヒーターで250℃まで加熱し、成膜室の真空チャンバーに少なくともH₂O、CO、CO₂と不純物ガスとして含む酸素ガスを導入ガスとして、導入流量 $Q_{\text{gas}} = 2.0 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s}$ (12sccm)で導入しながら母材であるMgOに電子ビームを照射し、成膜速度が3nm/sになるように投入電力を調節しながら基板上にMgO膜を蒸着した。この時、酸素ガスポンプと成膜室の真空チャンバーのガス導入ガスポートの間には非蒸発型ゲッターを使用したガス精製器を配置した。成膜中の圧力は $4 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ であった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベル $Q_{\text{imp}} / Q_{\text{gas}}$ は、0.01ppmであった。 Q_b 、 Q_{imp} 、 Q_{gas} から減圧雰囲気中の不純物レベルIを算出すると0.16ppmである。このようにして前面板を得た。同条件で作製したMgO膜の膜密度は、 $3.45 \text{ g} / \text{cm}^3$ であった。

【0050】次に、封着用ガラスフリットペーストをディスペンサー法を用いて背面板に塗布した。封着用ガラスフリットはPbO、B₂O₃およびセラミックスフィラーからなる複合系であり、軟化点は410℃である。溶媒はα-タービネオール、ポリマーにはPMMAを用いた。背面板のアドレス電極とバス電極が平行するように背面板と前面板とを配置して、インコネル製耐熱クリップを用いて、前面板および背面板の面内の中心軸に対称に外力を加えた。封着は450℃で15分間行った。昇

温および降温速度は5℃/分で行った。前面板と背面板を封着する時に一緒に、背面板側にガラス配管を設けた。

【0051】ガラス配管を通して、封着した前面板と背面板の内部の真空排気を行った。この封着した部材内部の真空度が 1×10^{-3} Pa以下に達した後に、このまま排気を行いながら350℃で5時間の加熱を行った。排気を行いながら、加熱を止め、室温まで冷却した後、放電ガスであるXe5%-Neガスを66.5 kPaまで封入した。ガラス配管を電熱ヒーターを用いて溶断し、最後に、駆動回路を実装して、表示画素数640×480セルのプラズマディスプレイを作製した。

【0052】同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は2セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加はなかった。非点灯セルとは全く点灯しないセルのほかに、安定に連続して点灯せず断続的に点灯しているセルも指す。画素サイズ、ディスプレイの大きさ、表示する映像にもよるが、一般に非点灯セル数は少ない方が良く、10個以下さらには5個以下であることが好ましい。すなわち、本実施例で作製したディスプレイの表示動作は良好であった。

【0053】（実施例2）前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンバーの脱ガスベーキングを行なわなかった以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室の真空チャンバーのビルドアッププレートQ_bを測定した結果、 1×10^{-7} Pa・m³/sであった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ_{imp}/Q_{gas}は、0.03 ppmであった。すなわち、この実施例における減圧雰囲気中の不純物レベルIは5.03 ppmであった。同条件で作製したMgO膜の膜密度は、3.39 g/cm³であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は5セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加はなかった。すなわち、表示動作は良好であった。

【0054】（実施例3）前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンバーの脱ガスベーキングを行わず、更に、酸素ガスボンベと成膜室の真空チャンバーのガス導入ガスポートの間にガス精製器を配置しなかった以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室の真空チャンバーのビルドアッププレートQ_bを測定した結果、 1×10^{-7} Pa・m³/sであった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ_{imp}/Q_{gas}は、20.05 ppmであった。すなわち、減圧雰囲気中の不純物レベルIは25.05 ppmであった。同条件で作製したMgO

膜の膜密度は、3.30 g/cm³であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は6セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加は2セルであった。すなわち、表示動作は良好であった。

【0055】（実施例4）前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンバーに機械加工後脱脂処理したステンレスを用いた以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室のステンレス製真空チャンバーのビルドアッププレートQ_bを測定した結果、 2×10^{-6} Pa・m³/sであった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ_{imp}/Q_{gas}は、0.05 ppmであった。すなわち、この実施例における減圧雰囲気中の不純物レベルIは100.05 ppmであった。同条件で作製したMgO膜の膜密度は、3.26 g/cm³であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は7セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加は3セルであった。すなわち表示動作は良好であった。

【0056】（比較例1）前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンバーに実施例4と同様の機械加工後脱脂処理したステンレスを用い、更に、酸素ガスボンベと成膜室の真空チャンバーのガス導入ガスポートの間にガス精製器を配置しなかった以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室のステンレス製真空チャンバーのビルドアッププレートQ_bを測定した結果、 2×10^{-6} Pa・m³/sであった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ_{imp}/Q_{gas}は、21.02 ppmであった。すなわち、この実施例における減圧雰囲気中の不純物レベルIは、121.02 ppmであり、同条件で作製したMgO膜の膜密度は、3.12 g/cm³であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は18セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加は20セルであった。すなわち、表示動作は良好ではなかった。

【0057】実施例1～5、および比較例1の、減圧雰囲気中の不純物レベルI、成膜室の真空チャンバーのビルドアッププレートQ_b、ガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルQ_{imp}/Q_{gas}、MgO膜の密度、6ヶ月連続点灯における非点灯セルの増加数、および1ヶ月点灯させずに放置した後の非点灯セルの増加数を表1に示す。

【0058】

【表1】

13

14

	減圧雰囲気 中の不純物レ ベル (ppm) (計算値)	真空チャンバー のヒートアップ レート Q_s (Pa · m ³ /s)	導入ポートでの 導入ガス中の 不純物レベル Q_{gas} (ppm)	MgO膜の密 度 (g/cm ³)	6ヶ月連続 点灯による 非点灯セルの 増加数(個)	1ヶ月点灯さ せずに放置し た後の非点灯 セルの増加数 (個)
実施例 1	0.16	3×10^{-6}	0.01	3.45	2	0
実施例 2	5.03	1×10^{-7}	0.03	3.39	5	0
実施例 3	25.05	1×10^{-7}	20.05	3.30	6	2
実施例 4	100.05	2×10^{-6}	0.05	3.26	7	3
比較例 1	121.02	2×10^{-6}	21.02	3.12	18	20

【0059】

【発明の効果】本発明によって長時間放電による経時変化の少ないMgO膜が形成でき、信頼性が高く、そして長寿命なプラズマディスプレイを作製できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例を説明するための放電型ディスプレイの断面概略図。

【符号の説明】

- 1 : 背面板
2 : 前面板

* 3, 4 : ガラス基板

5 : アドレス電極

6 : 誘電体

7 : 隔壁

20 8 : 蛍光体

9 : 透明電極

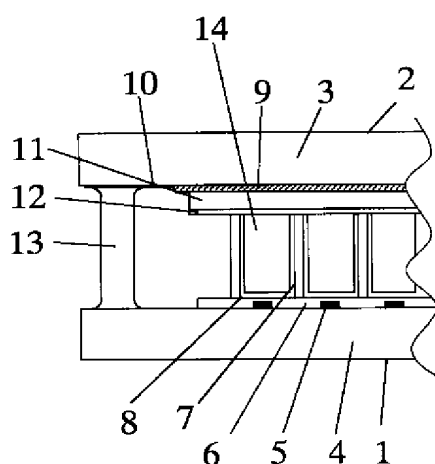
10 : バス電極

11 : 透明誘電体

12 : MgO膜

* 13 : 封着用ガラスフリット

【図1】



PAT-NO: JP02001243886A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2001243886 A
TITLE: MEMBER FOR PLASMA DISPLAY,
PLASMA DISPLAY AND
MANUFACTURING METHOD
THEREFOR
PUBN-DATE: September 7, 2001

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
OKUYAMA, KENTARO	N/A
WATANABE, OSAMU	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TORAY IND INC	N/A

APPL-NO: JP2000055440
APPL-DATE: March 1, 2000

INT-CL (IPC): H01J011/02 , H01J009/02

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a plasma display and its manufacturing method with high reliability and a longer life.

SOLUTION: The member for a plasma display with a MgO film on a plurality of electrodes on a

substrate has density of the MgO film of 3.2 g/cm³ and over. In the manufacturing method for the member for the plasma display and the plasma display formed with MgO film on a plurality of electrodes on the substrate, impurity level I in the decompression atmosphere which is calculated by the following formula is 110 ppm and under after the substrate is disposed in a vacuum chamber and discharged of air in advance, in forming the MgO film on a plurality of electrodes on the substrate in the decompression atmosphere with the introducing gas. $I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$, where, Q_b : build up rate of the vacuum chamber, Q_{imp} : quantity of impurity composition in the introducing gas at a gas inlet port of the vacuum chamber, Q_{gas} : introducing gas mass flow. Each unit is Pa.m³/s.

COPYRIGHT: (C) 2001, JPO